



## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets <sup>6</sup> :

G01N 11/08, 33/28

A1

(11) Numéro de publication internationale:

WO 96/32629

(43) Date de publication internationale: 17 octobre 1996 (17.10.96)

(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR96/00556

(22) Date de dépôt international: 12 avril 1996 (12.04.96)

(30) Données relatives à la priorité:

95/04574

13 avril 1995 (13.04.95)

FR

(71) Déposant: INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE [FR/FR]; 4, avenue de Bois-Préau, F-92500 Reuil-Malmaison (FR).

(72) Inventeurs: ROQUE, Claude; 225, rue des Landes, F-78400 Chatou (FR). THIBAUT, Gérard; 81, rue de Varsovie, F-92700 Colombes (FR).

(74) Représentant commun: INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE; 4, avenue de Bois-Préau, F-92506 Reuil-Malmaison (FR).

(81) Etats désignés: BR, MX, VN.

Publiée

*Avec rapport de recherche internationale.**Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont reçues.*

(54) Title: APPARATUS FOR DYNAMICALLY MEASURING THE CHANGING PROPERTIES OF A FLUID

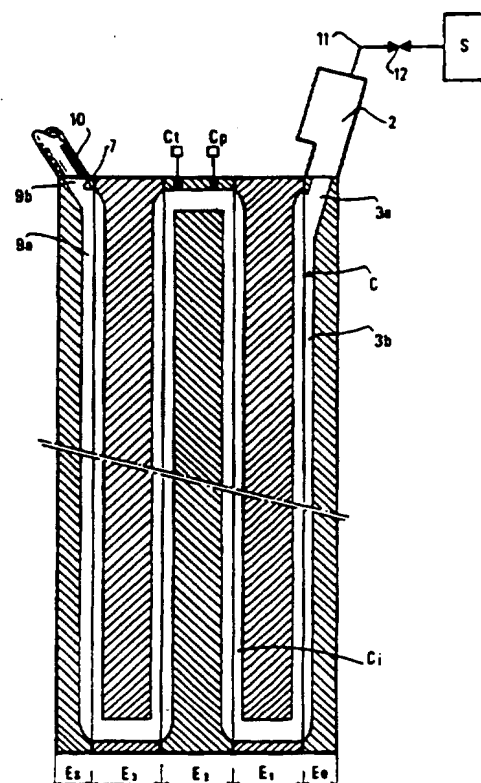
(54) Titre: APPAREIL DE MESURE EN DYNAMIQUE DES PROPRIÉTÉS D'UN FLUIDE EN ÉVOLUTION

## (57) Abstract

An apparatus for dynamically monitoring changes in the properties of a fluid is disclosed. The apparatus comprises a number of modular elements (Ee, E1, E2, E3, Es) interconnected to form a fluid flow channel (c), and means (Ct, Cp) for measuring a characteristic related to changes in the fluid.

## (57) Abrégé

Appareil pour contrôler en dynamique l'évolution des propriétés d'un fluide. L'appareil comporte plusieurs éléments modulaires (Ee, E1, E2, E3, Es) reliés entre eux pour former une canalisation (c) de circulation du fluide et des moyens de mesure (Ct, Cp) d'une caractéristique liée à l'évolution du fluide.



# **UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Arménie	GB	Royaume-Uni	MW	Malawi
AT	Autriche	GE	Géorgie	MX	Mexique
AU	Australie	GN	Guinée	NE	Niger
BB	Barbade	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BE	Belgique	HU	Hongrie	NO	Norvège
BF	Burkina Faso	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BG	Bulgarie	IT	Italie	PL	Pologne
BJ	Bénin	JP	Japon	PT	Portugal
BR	Brsil	KE	Kenya	RO	Roumanie
BY	Bélarus	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CA	Canada	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CF	République centrafricaine	KR	République de Corée	SE	Suède
CG	Congo	KZ	Kazakhstan	SG	Singapour
CH	Suisse	LI	Liechtenstein	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LR	Libéria	SN	Sénégal
CN	Chine	LT	Lituanie	SZ	Swaziland
CS	Tchécoslovaquie	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CZ	République tchèque	LV	Lettonie	TG	Togo
DE	Allemagne	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DK	Danemark	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
EE	Estonie	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	UG	Ouganda
FI	Finlande	MN	Mongolie	US	Etats-Unis d'Amérique
FR	France	MR	Mauritanie	UZ	Ouzbékistan
GA	Gabon			VN	Viet Nam

## APPAREIL DE MESURE EN DYNAMIQUE DES PROPRIÉTÉS D'UN FLUIDE EN ÉVOLUTION

La présente invention concerne un appareil et une méthode permettant  
5 de contrôler en dynamique le changement ou la stabilité d'un fluide dans le temps pour des conditions thermodynamiques données.

L'invention s'applique notamment pour étudier la cinétique de formation  
de dépôts pour des fluides ou des mélanges de plusieurs fluides ayant  
10 tendance à former des dépôts ou pour étudier la cinétique de corrosion d'une paroi (la vitesse à laquelle se corrode une paroi) au contact de laquelle ils se trouvent.

L'invention s'applique dans la production pétrolière pour suivre  
15 l'évolution de certaines huiles ayant tendance à former des dépôts d'asphaltènes, ou du gaz formant des hydrates dans des conditions thermodynamiques données.

Elle est utilisée, notamment, pour des domaines Haute Pression, Haute  
Température.

20 Elle trouve aussi son application dans les domaines où l'on rencontre des eaux qui sont physico-chimiquement déstabilisées ou incompatibles entre elles, par exemple dans le domaine de la géothermie ou de la production pétrolière pour suivre l'évolution de l'eau produite d'un gisement pétrolier, ou  
25 d'un mélange d'eau de gisement et d'eau d'injection.

Il est possible d'utiliser la présente méthode pour tester l'efficacité de produits, tels des inhibiteurs de dépôts, par exemple des dépôts d'hydrates, des dépôts minéraux et organiques (sulfates, carbonates,...) ou des produits  
30 anticorrosion couramment utilisés dans la production pétrolière, et qui mélangés à l'effluent ou fluide pétrolier, sont susceptibles d'engendrer de tels problèmes.

Il est décrit, par exemple dans le brevet EP 033557, la manière de tester  
35 l'efficacité d'inhibiteurs de dépôts sur un fluide. Ce document décrit un circuit test comprenant une ligne d'introduction d'un fluide ayant tendance à former

des dépôts, un moyen pour injecter et mélanger un additif, tel un inhibiteur de dépôts à ce fluide, et des capteurs de mesure de pression pour mesurer en continu la différence de pression existant entre un point de mesure situé sur le circuit test et l'entrée de l'appareil. L'efficacité de l'inhibiteur testé est  
5 déterminée à partir de la différence de pression mesurée en permanence entre l'entrée de l'appareil et le point de mesure.

Un tel appareil présente néanmoins certains inconvénients. En effet, l'unicité et la continuité du circuit test formant la ligne de mesure pose des problèmes de nettoyage du circuit après formation de dépôts. De plus, cette  
10 unicité confère à l'appareil une certaine rigidité au niveau des possibilités d'étude du comportement des fluides dans le temps. Le mélangeur du fluide et de l'inhibiteur est, de plus, positionné bien avant l'entrée du circuit test ce qui peut laisser du temps pour que des réactions entre le fluide et l'inhibiteur s'initient avant l'entrée dans le circuit test, de telles réactions pouvant  
15 introduire des incertitudes dans les mesures.

La présente invention vise à pallier les inconvénients mentionnés ci-dessus.

Elle offre notamment un appareil ou dispositif dont la structure  
20 modulaire et adaptable, permet d'élargir le domaine d'étude en dynamique du comportement, ou de la stabilité d'un fluide dans le temps et/ou de la cinétique de formation de dépôts et/ou de corrosion de fluides ou de mélanges de fluides incompatibles.

Il permet avantageusement d'effectuer des analyses quantitatives et  
25 qualitatives des phénomènes précités, de modéliser ces phénomènes, et de surveiller l'évolution structurelle des fluides analysés.

La présente invention permet notamment de mesurer simultanément les phénomènes de dépôts et de corrosion.

Avantageusement la modularité de l'appareil offre la possibilité  
30 d'effectuer ces analyses dans des conditions voisines des conditions réelles et en dynamique en évitant des arrêts nécessaires pour nettoyer l'appareil et éliminer notamment les dépôts formés.

En outre, il peut être possible d'augmenter la fiabilité des mesures en contrôlant l'instant de mélange des différents fluides mis en présence, par  
35 exemple en positionnant un dispositif effectuant un mélange quasi instantané et rapide.

La présente invention concerne un appareil pour contrôler en dynamique, l'évolution d'au moins un fluide. Il est caractérisé en ce qu'il comporte plusieurs éléments modulaires Ei, l'un desdits éléments étant un élément d'entrée Ee comprenant un orifice d'introduction du fluide et au moins une rainure s'étendant sur au moins une partie de sa longueur formant une partie de canalisation Ci, et un autre élément Es étant un élément de sortie comprenant un orifice de sortie du fluide analysé, ledit élément de sortie étant sensiblement identique audit élément d'entrée, lesdits éléments comportant chacun au moins une partie de canalisation Ci pour que reliés entre eux lesdites parties de canalisation soient réunies pour former une canalisation C de circulation dudit fluide, l'appareil étant équipé d'au moins un moyen de mesure Cp, Ct d'au moins une caractéristique liée à l'évolution du fluide, lesdits éléments Ee, Ei et Es étant assemblés pour que les rainures situées sur les faces de deux éléments adjacents forment une partie Ci de la canalisation dans laquelle circule le fluide, deux éléments intermédiaires adjacents ayant des orifices Oi situés à des extrémités opposées, pour laisser circuler le fluide à travers toutes les parties Ci formant la canalisation C. il se caractérise en ce que la rainure de l'élément d'entrée est entourée par une gorge, chacun des éléments intermédiaires comportent deux faces FA, FB, chacune des faces FA, FB étant pourvues d'une rainure et au moins une des faces d'un élément étant pourvue d'une gorge et/ou l'élément de sortie Es comporte une gorge, lesdites gorges entourent les rainures et reçoivent un joint assurant l'étanchéité entre l'élément d'entrée Ee et l'élément intermédiaire Ei adjacent, les éléments intermédiaires Ei entre eux et l'élément de sortie Es et l'élément intermédiaire voisin Ei.

Le moyen de mesure peut être un capteur de pression et/ou un capteur de température.

Avantageusement, l'appareil peut comporter un dispositif d'introduction situé au niveau de l'orifice d'introduction du premier élément d'entrée Ee adapté à propulser le fluide directement dans la canalisation C.

Avantageusement de façon à simuler des conditions réelles de production d'un fluide, au moins une partie de la canalisation est munie d'un capillaire suspendu au niveau de l'ouverture  $O_i$ .

5 Le capillaire peut être constitué d'au moins deux parties longitudinales et entouré d'une gaine, permettant notamment de maintenir en équipression le capillaire.

10 La position du capillaire à l'intérieur de la canalisation est, par exemple, choisie en fonction de la cinétique d'évolution des propriétés du fluide à analyser.

15 L'appareil peut être équipé d'au moins un élément auxiliaire comportant un capillaire, l'élément auxiliaire étant relié à la canalisation C par des moyens appropriés tels une conduite et une vanne.

Selon un autre mode de réalisation de l'invention, au moins une partie de la canalisation C peut être munie d'un élément auxiliaire tel un insert.

20 L'appareil peut comporter un dispositif d'introduction et de mélange d'au moins deux fluides adapté à obtenir un mélange quasi instantané et homogène desdits fluides. De cette manière l'instant de démarrage de l'analyse est connu de manière précise, les interactions entre les fluides s'effectuant à l'intérieur de la canalisation.

25 Le moyen d'introduction et de mélange peut comporter une pièce interne comprenant au moins un premier canal de circulation du premier fluide, le premier canal communiquant avec une fenêtre située dans la partie inférieure de la pièce interne, ladite fenêtre ayant une section de passage  $S_1$   
30 choisie pour que le premier fluide débouche par cette fenêtre sous forme d'une première veine de fluide ayant la forme d'une lame, la pièce interne comporte aussi une gorge située sur sa paroi latérale extérieure, la gorge a par exemple une profondeur  $p$  et une longueur  $\ell_g$ . Une enveloppe externe entoure la pièce interne, l'enveloppe externe est par exemple pourvue d'au  
35 moins un orifice d'introduction du second fluide et l'enveloppe externe est située par rapport à la pièce interne de façon que la paroi interne de

5 l'enveloppe externe délimite avec la gorge un canal latéral de circulation qui génère une seconde veine de fluide sous forme de lame. Les deux veines de fluides se rencontrent dans une zone de mélange délimitée par la fenêtre, la gorge et la paroi interne de l'enveloppe externe pour former un mélange quasi instantané et homogène.

10 La direction d'écoulement de la première lame de fluide peut faire un angle  $\alpha$  avec la direction d'écoulement de la seconde lame de fluide, compris entre 60 et 90°, et de préférence sensiblement égal à 90°.

La section de passage S1 peut être définie par une longueur L et une hauteur h et la valeur du rapport L/h est par exemple au moins supérieur à 10.

15 Les lames des premier fluide et second fluide peuvent avoir des vitesses comprises entre 0,1 et 5 m/sec.

20 Un des éléments intermédiaires du dispositif Ei est muni d'au moins un moyen tel qu'un pot de récupération des particules ou de dépôts situé vers l'extrémité inférieure de l'élément Ei, ledit pot de récupération communiquant avec la canalisation de circulation du fluide par l'intermédiaire d'un passage.

25 L'invention trouve avantageusement son application pour étudier la cinétique de formation de dépôt d'effluents pétroliers. L'appareil se trouve alors positionné de préférence dans un milieu permettant de contrôler des paramètres thermodynamiques tels que la température et la pression.

L'appareil est particulièrement bien adapté pour étudier la cinétique d'évolution de fluide dans des conditions Haute Pression, Haute Température.

30 Ainsi l'un des avantages offerts par la présente invention est de pouvoir analyser de manière qualitative et quantitative la cinétique de formation de dépôts dans le temps d'un fluide instable ou d'un mélange de plusieurs fluides incompatibles, l'analyse s'effectuant en dynamique et dans des conditions hydrauliques, thermodynamiques données, par exemple.

Un autre avantage réside dans la possibilité d'effectuer cette analyse ou étude pour des conditions sensiblement voisines des conditions réelles auxquelles il est soumis.

De telles études peuvent ainsi être réalisées en continu, en minimisant  
5 les interruptions de fonctionnement et en les évitant si possible, du fait de la présence d'éléments modulaires facilement mobiles et pouvant être indépendants du "squelette" du dispositif. Les éléments éventuellement obstrués par des dépôts lors de l'analyse et rendus ainsi non disponibles pour continuer l'étude peuvent être aisément remplacés sans pour autant  
10 interrompre l'analyse ou la circulation du fluide en cours.

Les caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront mieux à la lecture de la description d'exemples non limitatifs de réalisation donnée ci-après, en se référant aux dessins annexés où :

- 15 - la figure 1 représente une vue d'ensemble en coupe de l'appareil d'analyse, de mesure et de contrôle selon l'invention,
- les figures 2A, et 2B schématisent de façon détaillée le premier élément du dispositif ou élément d'entrée,
- les figures 3A et 3B représentent les deux faces d'un élément intermédiaire,
- 20 - la figure 4 schématise un appareil équipé d'un dispositif de simulation d'un "tubing" et d'un "casing" de production annulaire dans la conduite de circulation,
- la figure 5 représente un appareil selon l'invention équipé de moyens auxiliaires de simulation d'un tubing disposés en parallèle, et à l'extérieur  
25 de l'appareil de la figure 1,
- la figure 6 montre les courbes traduisant l'influence d'inhibiteurs sur l'évolution d'un fluide composé d'une eau de réservoir et d'une eau d'injection en cours d'analyse,
- la figure 7 représente une version d'appareil muni d'un dispositif de  
30 récupération de dépôts, et
- la figure 8 schématise un mélangeur pouvant être positionné à l'entrée de l'appareil d'analyse.

A titre d'exemple d'utilisation de l'appareil ou dispositif selon l'invention,  
35 la description ci-après concerne l'étude de la cinétique de formation de dépôts et/ou de la corrosion provoqués par exemple par un fluide polyphasique



comportant plusieurs phases, certaines de ces phases ayant tendance à provoquer des dépôts et/ou à corroder des parois au contact desquelles le fluide se trouve. L'étude de la cinétique de formation de dépôts pouvant être effectuée sur le fluide seul et/ou le fluide mélangé à des produits appropriés.

5       Avantageusement, un tel dispositif peut être situé dans un environnement contrôlé, par exemple il peut être positionné à l'intérieur d'une enceinte, d'un bain, ou tout autre environnement non représentés sur les figures qui permettent d'obtenir et de réguler, notamment les conditions thermodynamiques (pression et température) dans lesquelles l'analyse est effectuée.

10       Néanmoins, le dispositif décrit ci-après n'est pas limité à l'analyse de fluides ou de mélanges de fluides instables dans le temps, il trouve aussi son application pour l'étude de mélanges de fluides incompatibles c'est-à-dire des fluides qui lorsqu'ils sont mis en contact les uns avec les autres engendrent  
15       des réactions physico-chimiques responsables de la formation de dépôts et ou de phénomènes de corrosion par exemple.

      L'appareil selon la présente invention comporte plusieurs éléments modulaires en liaison les uns avec les autres pour former une cellule  
20       d'analyse en dynamique d'un fluide. La structure du dispositif peut être décrite comme comprenant un corps central qui comporte un minimum d'éléments modulaires nécessaires pour effectuer l'analyse et d'éléments qui peuvent se remplacer facilement sans interrompre l'analyse en cours. Le squelette du dispositif est par exemple constitué d'au moins un élément d'entrée Ee et d'au  
25       moins un élément de sortie Es décrits en détail ci-après, qui forment un canal de circulation du fluide C. Entre ces deux éléments ou disposés en parallèle peuvent se trouver des éléments Ei facilement remplaçables. Chacun des éléments peut comporter une tubulure ou canalisation permettant la circulation du fluide à analyser, lesdites canalisations étant reliées les unes  
30       aux autres pour former le canal de circulation du fluide C.

      Selon un mode de réalisation décrit à la figure 1, les éléments modulaires Ee, Ei, Es sont ouvrants.

      Ainsi, le dispositif de la figure 1 comporte, par exemple, un élément d'entrée Ee dans lequel est introduit un fluide, cet élément étant adjacent et  
35       relié à un premier élément intermédiaire E1, lui-même positionné à côté d'un deuxième élément intermédiaire E2, et un troisième élément intermédiaire E3,

relié au deuxième élément E2 et à un élément de sortie Es. Le nombre d'éléments intermédiaires Ei, (E1, E2...), est choisi en fonction de la longueur du circuit test ou circuit d'analyse C que l'on souhaite obtenir.

La longueur du circuit est choisi, par exemple en fonction, de la nature et de la qualité de l'analyse du fluide souhaitée, de la nature du fluide ou du mélange de fluides ou encore de la cinétique d'évolution de ce mélange ou de ce fluide dans le temps.

Les différents éléments Ee, Ei et Es sont reliés les uns aux autres de manière à former un conduit C, ou canalisation, de circulation du mélange à analyser. Ce conduit C peut être constitué de plusieurs parties ou morceaux de conduite Ci correspondant à un élément Ei. Les parties Ci communiquent entre elles par des passages tels des ouvertures ou orifices Oi percés sur toute l'épaisseur d'un élément. La canalisation C de circulation du mélange à analyser peut prendre n'importe quelle forme, cette dernière étant définie par la géométrie d'un élément Ei et la manière dont sont disposés ces différents éléments les uns par rapport aux autres.

L'appareil peut comporter un moyen d'introduction 2 du mélange (ou mélangeur) dans le circuit test situé par exemple dans sa partie supérieure. Avantageusement, le mélangeur a une forme et une géométrie adaptées pour que l'introduction du mélange dans la canalisation C s'effectue avec une vitesse suffisante pour générer un effet de vortex, permettant de concentrer le mélange des fluides susceptible de générer des dépôts vers le centre de la spirale du vortex et ainsi, par accélération du fluide et d'éventuels cristaux en cours de formation, de minimiser les phénomènes de germination conduisant à l'incrustation sur le conduit de circulation du mélange.

De tels dépôts pourraient induire des erreurs dans l'analyse effectuée.

De manière à contrôler les conditions thermodynamiques dans lesquelles est réalisée l'étude ou analyse, des capteurs de pression Cp, et de température Ct sont situés par exemple au niveau de l'élément d'entrée Ee et sur au moins un des éléments intermédiaires Ei. Le numéro de l'élément intermédiaire Ei sur lequel sont positionnés les capteurs de pression Cp et de température Ct est déterminé par rapport à l'analyse effectuée sur le mélange. Un des critères de choix peut être la cinétique d'évolution du mélange.

Ces capteurs Cp et Ct peuvent être reliés à un micro-contrôleur non représenté qui enregistre et traite les données de préférence en permanence et permet de connaître en permanence les conditions thermodynamiques de

l'analyse. Il peut aussi avoir comme rôle de piloter les étapes de l'analyse décrites ci-après et de générer des ordres de commande de régulation envoyés aux différents éléments ou dispositifs équipant l'appareil.

Les figures 2A à 3B décrivent des éléments modulaires, respectivement  
5 Ee et Ei, ouvrants qui reliés les uns aux autres forment le corps central et l'appareil selon le mode de réalisation de l'invention décrit à la figure 1.

Les figures 2A et 2B schématisent respectivement une vue de profil et de face d'un élément d'entrée Ee.

L'élément Ee comporte, par exemple, dans sa partie supérieure une  
10 rainure 3 qui s'étend sensiblement sur toute sa longueur. Cette rainure 3 est constituée par exemple d'une partie 3a dont la forme est conçue pour accepter le dispositif d'introduction 2 du mélange et une seconde partie 3b, la transition entre les parties 3a et 3b s'effectue de manière à éviter les variations  
15 brutales de direction d'écoulement du mélange. Le mélange sort du dispositif d'introduction 2 sous la forme d'une spirale qui en concentrant le mélange vers son centre permet de minimiser les phénomènes de germination et de  
20 cristaux ainsi qu'il a été décrit précédemment. De cette manière les phénomènes précités, tels que les phénomènes de germination, de cristallisation et éventuellement de corrosion ne sont initiés que lorsque le mélange se trouve dans la canalisation C et il est possible de déterminer de manière précise l'instant initial de démarrage de l'analyse.

La rainure 3 (parties 3a et 3b) est entourée (figure 2B) par une gorge 4 dont la taille et la géométrie sont calculées pour recevoir un joint 4' assurant  
25 l'étanchéité entre les différents éléments Ee, Ei et Es. L'espacement entre la rainure 3 et la gorge 4 est choisi pour accepter des valeurs de pression élevées, et des valeurs de température spécifiques à l'application, comprises respectivement entre 200 et 500 bars et, 5 et 200°C, et de préférence sensiblement voisines de 400 bars et 200°C.

Les joints sont fabriqués dans un matériau adaptés pour tenir au moins  
30 les valeurs de pression et de température données ci-dessus. De plus, ils sont choisis pour résister à la nature du fluide ou du mélange de fluide analysé. Plus particulièrement, les matériaux doivent éviter tout phénomène de migration de certaines espèces chimiques contenues dans les fluides ou les mélanges de fluides analysés.

35 Avantageusement, les joints sont pressés dans un même plan que le plan correspondant à une face d'un élément de façon que l'écoulement du

fluide ou du mélange de fluides analysé soit confiné en majorité dans la rainure.

Les figures 3A et 3B représentent les deux faces FA et FB d'un élément intermédiaire Ei.

5 La face FA d'un élément intermédiaire Ei est munie d'une rainure 5 entourée par une gorge 4 pouvant être similaire à la gorge décrite à la figure 2B. La rainure 5 est située sensiblement selon l'axe central de l'élément et s'étend sur la quasi-totalité de sa longueur, par exemple. Au moins un orifice Oi est situé à une des extrémités de la rainure 5 pour laisser le mélange  
10 s'écouler sur toute la longueur de l'appareil formé des différents éléments Ee, Ei et Es réunis. La section d'un orifice Oi est de préférence sensiblement égale à celle de la partie de la canalisation Ci formée dans cet exemple par la réunion de deux rainures. De cette façon on minimise les risques de formation de dépôts ou de phénomènes parasites risquant de boucher la canalisation.

15 Sur la face FB de l'élément intermédiaire Ei (figure 3B), on retrouve une rainure sensiblement similaire à la rainure 5 de la face FA située dans une position sensiblement identique.

Plusieurs trous 6 réalisés le long des éléments intermédiaires Ei permettent de les assembler entre eux pour former l'appareil. Cet assemblage  
20 est réalisé, par exemple, pour obtenir une canalisation C en forme d'épingle, de zigzag ou encore de quinconce, de la façon suivante : on choisit des éléments Ei de rang pair comportant un orifice Oi au niveau de leur extrémité inférieure, et des éléments Ei de rang impair dont l'orifice Oi est situé au niveau de leur extrémité supérieure et on les dispose les uns par rapport aux  
25 autres de manière à obtenir une boucle de circulation du mélange. Le mélange à analyser circule ainsi à l'intérieur de la canalisation formée par la réunion des rainures de deux éléments adjacents et les orifices de passage Oi. L'élément Ee est relié à une des extrémités de cet agencement de manière à obtenir la première boucle de passage du mélange et l'élément Es de sortie,  
30 détaillé ci-après est situé à l'autre extrémité, de manière adjacente.

L'élément de sortie Es (figure 1) comporte par exemple sur une seule de ses faces une rainure centrale 5 reliée à un orifice de sortie 7, cet orifice de sortie 7 peut être identique à un orifice Oi lorsqu'il est en relation directe avec une conduite d'évacuation 10 du fluide .

35 Selon une autre variante de réalisation l'élément de sortie Es comporte une rainure composée de deux parties successives 9a et 9b, la partie 9b étant

adaptée pour recevoir un dispositif d'évacuation relié à la conduite d'évacuation 10, par exemple.

Les éléments intermédiaires Ei, l'élément de sortie Es et l'élément d'entrée Ee peuvent être conçus pour recevoir des capteurs de pression Cp et de température Ct.

Ces capteurs peuvent aussi être positionné au niveau des puits de récupération décrits ci-après à la figure 7.

Afin de mieux cerner le fonctionnement de l'appareil selon l'invention, un exemple est donné ci-après, à titre nullement limitatif. Il concerne l'analyse d'un fluide polyphasique, constitué de plusieurs phases de nature différentes tel un effluent pétrolier comportant au moins une phase liquide constituée, par exemple d'une phase aqueuse et d'une phase organique, au moins une phase gazeuse et éventuellement des particules solides.

La phase aqueuse dans des conditions thermodynamiques données peut être susceptible de former des dépôts conduisant à terme à boucher la canalisation.

Un effluent pétrolier est un fluide instable lors de sa production par un puits, du fait notamment de la variation de sa composition, notamment en fonction des conditions thermodynamiques.

Afin d'observer la cinétique d'évolution d'un tel effluent, on l'introduit dans l'appareil par l'intermédiaire d'une conduite 11 reliée à une source S, telle qu'un puits de production ou encore une enceinte contenant une partie de l'effluent prélevé au cours de la production du puits munie par exemple d'un dispositif de contrôle 12 de la quantité d'effluent introduit, tel qu'une vanne ou une duse, ou tout autre dispositif connu de l'homme de métier. L'effluent pénètre dans l'appareil d'analyse par le dispositif d'introduction 2 et tombe directement dans la conduite d'écoulement C dans laquelle il circule du premier élément Ee jusqu'à l'élément de sortie Es en passant à travers les éléments intermédiaires Ei avant d'être évacué par la conduite d'évacuation 10.

Tout le long de son écoulement, les valeurs de pression et de température sont mesurées aux moyens des capteurs Cp et Ct équipant dans cet exemple le deuxième élément intermédiaire E2 du dispositif (figure 1). Les mesures de pression sont envoyées au micro-ordinateur afin d'élaborer la courbe temporelle de la différence de pression existant entre l'entrée du dispositif et le second élément E2. Dans le but d'affiner les résultats, les

mesures de température peuvent être envoyées au micro-ordinateur, notamment pour tenir compte des conditions réelles thermodynamiques de l'analyse. A partir de la courbe représentant la différence de pression mesurée entre l'élément d'entrée et l'élément intermédiaire muni de capteurs de

5 Température et de Pression, ce qui correspond à l'endroit où l'on visualise l'événement, il est possible de manière connue des spécialistes d'établir la cinétique d'évolution de l'effluent pétrolier.

L'étude de la cinétique d'évolution de l'effluent pétrolier peut consister à quantifier la formation de dépôts, tels des sulfates et/ou des hydrates. En effet,

10 la différence de pression mesurée entre l'élément d'entrée et un point du circuit d'analyse est reliée à la quantité des hydrates et/ou des dépôts formés. Il est donc possible en effectuant une comparaison entre les valeurs de pression mesurées dans le temps, de déduire la quantité de dépôts d'hydrates formés dans des conditions thermodynamiques données.

15 Afin d'améliorer encore les résultats, il est possible de positionner plusieurs capteurs de pression en différents endroits du dispositif. De cette manière on peut tracer la courbe représentant la cinétique d'évolution du fluide correspondant à une partie de la conduite C délimitée par deux capteurs de pression et on augmente ainsi la résolution en ayant des paliers

20 ou segments de courbe plus rapprochés. L'interprétation des changements des pentes des segments de cette courbe d'évolution dans le temps et donc dans l'espace (selon une distance calculée par rapport à l'entrée du dispositif correspondant à la position d'un capteur) permet d'affiner l'analyse du comportement dans le temps de l'effluent analysé, et notamment la formation

25 de dépôts minéraux et/ou organiques tels que des hydrates ou des asphaltènes.

Les étapes de la méthode décrite précédemment s'appliquent sans sortir du cadre de l'invention à tous mélanges comportant plusieurs fluides pouvant interagir entre eux et aussi à des fluides instables évoluant dans le

30 temps.

De manière avantageuse, le dispositif permet d'étudier l'influence d'un produit tel un inhibiteur de dépôts ou un produit ayant pour fonction d'empêcher les phénomènes de corrosion de se produire, par exemple les inhibiteurs empêchant ou retardant la formation d'hydrates, de tels produits

35 étant mélangés au fluide susceptible d'engendrer de tels phénomènes.

Par un choix approprié du dispositif de mélange positionné à l'entrée de l'appareil ou cellule de test, il est ainsi possible de mélanger plusieurs inhibiteurs à un fluide ou à un mélange.

5 Une autre possibilité offerte par l'appareil consiste à réaliser en dynamique l'étude de la cinétique en simulant les conditions réelles ou proches de la réalité de production d'un effluent de type pétrolier. Ainsi par un agencement approprié d'éléments auxiliaires situés à l'extérieur et/ou à l'intérieur de l'appareil, il est possible de simuler les conditions de production  
10 d'un puits pétrolier.

La figure 4 montre une partie de la canalisation Cc, constituée par la réunion de deux éléments intermédiaires E1 et E2, équipée d'un capillaire 17 disposé dans la canalisation C à l'aide de joints 18 étanches comportant un passage 18' et d'un embout 19 dont la forme est adaptée à la forme du  
15 passage formé par l'orifice Oi. L'embout 19 vient ainsi se ficher dans le passage Oi de façon que le capillaire 17 se trouve en suspension dans la partie de canalisation Cc. L'espace 16 créé entre la paroi de la canalisation et la paroi extérieure du capillaire suspendu est appelé annulaire ou espace annulaire. Le capillaire 17 peut être "ouvrant" dans le sens de la longueur et  
20 être réalisé en deux parties longitudinales 17a et 17b. Dans ce cas, il est entouré d'une gaine G de préférence réalisée en matériau thermorétractable, assurant l'étanchéité des deux parties du capillaire 17. Le matériau de la gaine est choisi pour résister à des valeurs de pression et de température élevées comprises entre 200 et 500 bars et entre 5 et 200°C.

25 La disposition du tube capillaire 17, de la gaine éventuelle G, des joints 18 obligent l'effluent à circuler à l'intérieur du capillaire, en remontant à l'intérieur.

Le passage 18' situé au niveau du joint 18 laisse passer une partie de l'effluent dans l'espace annulaire 16 jusqu'au joint 19. De cette façon, la  
30 circulation de l'effluent à l'intérieur du capillaire et en même temps la présence d'une partie de l'effluent dans l'espace annulaire permet de mettre en équipression les deux parties du fluide circulant.

Un tel agencement est particulièrement avantageux pour des capillaires dit ouvrants. En effet, lorsque le capillaire commence à être obstrué, on  
35 observe une augmentation de la pression amont (à l'entrée du capillaire) par rapport à la pression aval (sortie du capillaire). Les valeurs de pression

respectivement amont et aval sont mesurées à l'aide de capteurs de pression Cp positionnés respectivement avant l'entrée et après le capillaire. Le fluide présent dans l'espace annulaire 16 possède une valeur de pression qui est supérieure à la pression aval et au maximum égal à la pression amont. Ceci permet d'éviter notamment tout problème d'étanchéité des deux parties du capillaire.

Les agencements décrits précédemment en relation à la figure 4 permettent d'analyser en dynamique la cinétique d'un effluent à provoquer des dépôts et/ou à corroder une paroi au contact de laquelle il se trouve, dans des conditions simulant les conditions de production pétrolières.

Dans le cas de capillaire ouvrant, il est possible d'analyser les dépôts et les phénomènes de corrosion dus à l'effluent en circulation dans la canalisation.

L'ajout d'élément auxiliaire pour étudier les phénomènes de dépôts et de corrosion dans des conditions sensiblement voisines des conditions réelles de production permet de plus d'éviter de détériorer directement la canalisation C.

La position du capillaire à l'intérieur de la canalisation C, en un point situé entre l'entrée et la sortie du dispositif, est choisie, par exemple, en fonction de la cinétique d'évolution des propriétés du fluide à analyser circulant à l'intérieur.

Selon une autre variante de réalisation de l'appareil représenté à la figure 5, les éléments auxiliaires de type capillaire précédemment décrits à la figure 4 sont situés à l'extérieur de l'appareil de base décrit à la figure 1, par exemple, en parallèle et reliés à ce dernier par des moyens permettant le passage de l'effluent de la canalisation C vers les éléments auxiliaires, tels des vannes qui permettent éventuellement d'isoler les éléments du dispositif et réciproquement. L'indépendance des éléments auxiliaires résultant de cette configuration permet notamment d'éviter d'interrompre l'analyse de la cinétique en dynamique de l'effluent.

Le dispositif comporte, par rapport à l'appareil décrit à la figure 1, deux éléments auxiliaires 20, 21 positionnés par exemple de part et d'autre de la cellule de base correspondant à l'appareil décrit à la figure 1. Ces éléments 20, 21 communiquent avec la canalisation C par intermédiaire d'un conduit 22 situé dans le prolongement de la canalisation C et respectivement par des



conduits 23 et 24. Les conduits 23 et 24 sont munis par exemple d'une vanne V ou d'un moyen de réglage du passage du fluide des éléments auxiliaires 20, 21 vers la canalisation C. Les dispositifs auxiliaires 20, 21 sont accrochés au dispositif ou appareil de base par des moyens appropriés, par exemple par un support 25 comportant les conduits de passage 23, 24 de passage du fluide des éléments auxiliaires vers la canalisation C.

Les éléments auxiliaires sont, par exemple munis chacun d'un capillaire 17 suspendu de manière identique à celle décrite en relation à la figure 1. Le fluide dérivé de la canalisation C passe dans la conduite 22 et ensuite dans la conduite 23 ou 24 dont la vanne  $V_1$ ,  $V_2$  est ouverte avant de remonter à l'intérieur du capillaire 17 et éventuellement dans l'espace annulaire 16 de façon identique à celle décrite à la figure 4.

L'ouverture des vannes  $V_1$ ,  $V_2$  situées sur les conduites 22 et 23 s'effectue préférentiellement en alternance. L'analyse de la cinétique du fluide peut ainsi être réalisée dans un premier temps dans un des éléments auxiliaires par exemple l'élément 20 relié à la conduite 22, puis cet élément ayant été utilisé on ferme la vanne  $V_1$  lui correspondant et on le déconnecte du dispositif. Simultanément on ouvre la vanne  $V_2$  située sur la conduite 23 pour faire circuler le fluide dans le second élément auxiliaire 21 et continuer l'analyse sur cet élément.

Pendant le temps de l'analyse effectuée sur le second élément 21, il est possible de nettoyer le premier élément et/ou le remplacer par un autre élément.

Les éléments auxiliaires de simulation (tubing + annulaire) sont par exemple situés en parallèle au niveau de l'avant dernier élément intermédiaire du dispositif de la figure 1 de façon que le fluide passe de cet élément vers un des moyens auxiliaires d'analyse sans passer par le dernier élément intermédiaire.

Le dispositif auxiliaire peut être pourvu d'un dispositif de sortie du fluide identique au dispositif de sortie équipant le dernier élément intermédiaire.

En positionnant de manière judicieuse plusieurs dispositifs d'analyse auxiliaires le long et en parallèle à l'appareil de base de la figure 1, on élargit le domaine d'analyse des cinétiques d'évolution d'un fluide et/ou de la cinétique de formation de dépôts d'un mélange. On peut aussi choisir la distance de positionnement des éléments auxiliaires par rapport à l'entrée du dispositif d'analyse.

De plus de tels éléments auxiliaires offrent l'avantage d'être aisément déplaçables sans toutefois interrompre le fonctionnement du dispositif d'analyse. En effet un capillaire ou une conduite dans lesquels circulent des mélanges ayant tendance à former des dépôts peut s'obstruer rapidement et empêcher l'étude de la cinétique de se poursuivre. La disposition décrite ci-dessus permet un changement rapide de l'élément d'étude et/ou simultanément de basculer sur un dispositif auxiliaire adjacent.

La figure 6 montre plusieurs courbes traduisant la formation de dépôts en fonction de la quantité d'inhibiteurs ajoutés à un effluent pétrolier. L'effluent pétrolier est composé par exemple d'une eau de réservoir et d'une eau d'injection (courbe I).

La courbe I montre la différence de pression enregistrée pour un effluent pétrolier pur, c'est-à-dire sans ajout d'additifs. La courbe II a été obtenue en ajoutant un inhibiteur avec une concentration de 5 ppm, la différence de pression enregistrée dans le temps, est inférieure à celle obtenue sans inhibiteur, ce qui traduit une formation de dépôts plus faible du fait de la présence d'inhibiteur. La courbe III correspond au même effluent pétrolier auquel on a ajouté un inhibiteur en concentration de 15 ppm. On remarque que la différence de pression mesurée entre un point de la cellule et l'entrée du dispositif est sensiblement égale à zéro ce qui correspond sensiblement à la non formation de dépôts ou à une quantité négligeable de dépôts formés.

Pour certains fluides, les cristaux ayant tendance à se former peuvent provenir des phénomènes connus sous le nom de nucléation homogène ou de nucléation hétérogène. Les cristaux issus de la nucléation homogène ne sont pas utiles pour l'étude de la cinétique d'incrustation des dépôts.

De manière avantageuse, l'appareil décrit à la figure 7 comporte deux éléments intermédiaires E1 et E2 équipés chacun d'un moyen de récupération des cristaux issus de la nucléation homogène. Les cristaux tombent dans les pots de récupération et débarrassent ainsi la canalisation d'écoulement C évitant tout risque d'obstruction par dépôt et agglomération de cristaux, qui ne sont pas utiles à l'analyse.

Les pots de récupération 13 ou pots de piégeage des cristaux sont situés de préférence dans la partie inférieure d'un élément intermédiaire Ei.

Ce pot communique avec la canalisation C par l'intermédiaire d'un passage 14 muni d'un dispositif 15 (non représenté sur la figure) permettant de l'isoler du reste de l'appareil. De cette manière, il est possible d'intervenir sur ce dernier sans pour autant être contraint à arrêter son fonctionnement et l'analyse de l'effluent.

La récupération des cristaux ayant floculé contribue à affiner l'analyse de l'étude de la stabilité dans le temps de l'effluent, par exemple en effectuant un bilan de masse et un bilan chimique, ce bilan pouvant être effectué en dehors de l'analyse dynamique de l'effluent.

Afin d'étudier les phénomènes de corrosion sur des conduites habituellement utilisées pour le transfert des effluents de type pétrolier, on ajoute à l'appareil de base décrit en relation avec les figures 1 à 3B, des moyens tels des inserts disposés à l'intérieur de la canalisation. Les inserts sont positionnés dans la rainure d'un élément Ei et accrochés par des moyens appropriés connus de l'homme du métier. Ils peuvent être positionnés au niveau de chacune des rainures d'un élément intermédiaire Ei de manière à étudier les problèmes de corrosion dus au fluide sur un élément au contact duquel il se trouve. Le matériau de l'insert est choisi parmi les matériaux habituellement utilisés dans l'industrie pétrolière.

L'analyse en dynamique de la cinétique d'évolution de l'effluent est réalisée pendant un temps donné. A l'issue de cette période de temps, les inserts sont ôtés de la cellule d'analyse en dynamique et sont analysés à l'extérieur de l'appareil afin de quantifier et qualifier les phénomènes corrosifs de l'effluent sur l'insert. De telles analyses, telles des études d'état de surface, des pesées, ..., sont connues de l'homme de métier et ne sont donc pas décrites en détail.

30

Lorsque l'on cherche à étudier la cinétique de réaction de plusieurs fluides susceptibles d'interagir entre eux de manière très rapide, par exemple dès leur mise en contact, il est avantageux de disposer d'un moyen d'introduction conçu pour effectuer un mélange homogène et rapide des différents fluides, positionné à l'entrée du dispositif.

35

Le mélange rapide, quasi instantané de plusieurs fluides incompatibles permet de fixer de manière précise l'instant auquel peuvent être déclenchés d'éventuelles interactions entre les fluides mis en présence dans le dispositif d'étude de cinétique.

5 De plus les mesures effectuées sur un mélange homogène conduit à améliorer les précisions de mesure.

Avantageusement le dispositif selon l'invention est équipé d'un moyen d'introduction de plusieurs fluides semblable au dispositif décrit dans le texte du demandeur déposé sous le numéro FR. 95/04.575 du 13 avril 1995.

10 Le moyen d'introduction décrit à la figure 8 remplace le dispositif d'introduction 2 de la figure 1.

Il comprend, par exemple, une pièce interne 31 située à l'intérieur d'une enveloppe externe ou enceinte 32. La pièce interne 31 peut être composée d'une première partie 31a sensiblement cylindrique comprenant un premier canal de circulation 33 du premier fluide et d'une seconde partie 31b de préférence conique ou tronconique comportant un second canal 36 de circulation du second fluide détaillés comme suit.

15 Le premier canal 33 est situé de préférence le long de l'axe central A de la partie 31a de la pièce interne.

20 La seconde partie 31b a de préférence une forme conique ou tronconique qui va en s'évasant lorsque l'on s'éloigne de l'extrémité inférieure du mélangeur.

Elle est munie sur sa paroi latérale 35 et dans sa partie inférieure d'une ouverture 34 communiquant avec le premier canal 33. L'ouverture ou fenêtre 25 34 a de préférence une forme rectangulaire, avec une hauteur  $l$  et une longueur  $L$ , définissant une surface ou section de passage  $S_1$  de dimension choisie de façon que le premier fluide circulant dans le canal 33, débouche par la fenêtre 34 sous la forme d'une lame de fluide sensiblement perpendiculaire à cette fenêtre.

30 La seconde partie 31b comporte aussi sur sa paroi latérale extérieure 35 une gorge 36 ou rainure, de préférence de forme hélicoïdale, ayant une profondeur  $p$  et une largeur  $\ell_g$ , qui s'étend par exemple tout le long de la seconde partie 31b.

Pour des raisons de clarté dans la figure, les dimensions  $\ell$ ,  $L$ ,  $p$  et  $\ell_g$ ,  
35 ne sont pas représentées.

Avantageusement, dans une zone 37 est usinée entre le canal de circulation 33 et l'ouverture 34 pour que le premier fluide circulant dans le canal 33 se répartisse avec une pression sensiblement homogène sur la section de passage S1 et de manière la plus uniforme possible.

5 L'enveloppe externe 32 est pourvue d'au moins un orifice 38i d'introduction d'un second fluide à mélanger avec le premier fluide. Le second fluide à mélanger introduit par un orifice 38i, passe ensuite dans un espace annulaire 39 formé par la paroi interne 40 de l'enveloppe externe 32 et la paroi externe de la première partie 31a. En sortie de cet espace annulaire 39  
10 il pénètre dans le canal 41 formé par la gorge 36 et la paroi interne 40 de l'enveloppe 32 situé en regard de la seconde partie 31b, la forme de la paroi interne 40 étant adaptée pour que le canal 41 ait une profondeur sensiblement constante sur toute sa longueur et de préférence égale à la profondeur de la gorge 36. Le canal 41 ainsi formé a une largeur et une  
15 profondeur choisies pour générer un fluide sous forme de lame. La lame du second fluide ainsi formée ou seconde lame acquiert un mouvement hélicoïdal du fait de la forme hélicoïdale de la gorge 36.

L'axe longitudinal de la gorge, correspondant sensiblement à la direction d'écoulement du second fluide, fait un angle  $\alpha$  avec une  
20 perpendiculaire à la fenêtre 34. La valeur de cet angle est choisie pour obtenir un mélange homogène et quasi instantané du premier fluide ou première lame de fluide débouchant de la fenêtre 34 avec la seconde lame de fluide.

En sortie de fenêtre 34, la première lame de fluide rencontre la seconde lame de fluide dans une zone dite zone de mélange 42 délimitée par la  
25 fenêtre 34 et la paroi interne de l'enveloppe 32 et la gorge 36. La forme de lame des deux fluides, l'angle  $\alpha$  donné et les dimensions réduites de la fenêtre 34, de la gorge 36 et donc de la zone de mélange 42 favorisent la rapidité du mélange des deux fluides et son homogénéisation.

De plus, le mouvement en spirale de la seconde lame de fluide crée un  
30 phénomène de vortex entraînant le mélange des fluides vers le centre de la spirale ainsi créée. Une telle disposition permet de concentrer le mélange des fluides vers le centre de cette spirale et par accélération du fluide et des éventuels cristaux en voie de formation de minimiser les phénomènes de germination qui pourraient conduire à l'incrustation sur des parois au contact  
35 desquelles se trouve ou pourrait se trouver le mélange de fluides, les parois pouvant être celles de dispositifs situés après le mélangeur.

Le mélange ressort de l'espace ou zone de mélange 42 sous une forme hélicoïdale ou en spirale.

La valeur de l'angle appartient par exemple à l'intervalle 60 et 90 ° et, de préférence l'angle  $\alpha$  est sensiblement égal à 90°.

- 5 Les dimensions de la gorge 36, c'est-à-dire sa profondeur  $p$  et sa largeur  $\ell_g$  définissant avec l'enveloppe externe 32 le second canal latéral d'écoulement sont choisies, de préférence, pour que le rapport largeur/profondeur varie de 10 à 50, par exemple en choisissant une largeur comprise entre 20 et 40 mm et une profondeur comprise entre 1,5 et 0,3 mm.
- 10 Le choix de ces dimensions associé à la position de l'enveloppe externe par rapport à la partie 31b de la pièce interne permet de générer des lames de fluides, la forme de lame permettant d'optimiser l'opération de mélange.

- 15 Les valeurs de la hauteur  $l$  de la fenêtre 4 et de sa longueur  $L$  sont de préférence choisies pour que le rapport  $L/l$  soit au moins égal à 10, de manière à obtenir une première veine de fluide ayant une forme de lame ou première lame. Elles sont notamment choisies pour que la première lame de fluide traverse la section de passage S1 correspondant à la fenêtre 4 avec une vitesse comprise par exemple entre 0,1 et 5m/sec.

- 20 Les valeurs de vitesse élevées ainsi que les faibles dimensions de la section de passage S1 permettent, avantageusement de bénéficier d'un phénomène d'auto-nettoyage des ouvertures, les dépôts éventuels qui auraient tendance à se former par la mise en contact des fluides sur les parois du dispositif sont décollés par les lames de fluide, aussi bien la première lame de fluide que la seconde.

- 25 La fenêtre 34 et la gorge 36, de faibles dimensions, sont réalisées, par exemple par électroérosion ou par toute autre technique connue de l'homme de métier permettant de réaliser avec précision des pièces de faibles dimensions.

- 30 La zone 37 a de préférence une forme sensiblement trapézoïdale dont un des côtés au moins correspond par exemple à la fenêtre 34. La forme trapézoïdale de la pièce permet, notamment, d'obtenir une meilleure répartition de la pression du premier fluide sur la surface de passage S1 ainsi qu'une vitesse linéaire pour le premier fluide sensiblement identique sur la totalité de la surface S1.

- 35 Le nombre des orifices d'introduction des fluides 38i peut être supérieur à deux, afin d'obtenir une meilleure distribution du mélange. Les orifices

d'introduction peuvent prendre des formes variées telles que des formes circulaires, triangulaires,..... et être répartis de manière uniforme, par exemple, sur l'enveloppe externe.

- 5 La partie conique 31b de l'enveloppe externe 32 peut être réalisée séparément dans du Téflon, par exemple, ou en un matériau non polaire qui du fait de sa nature évite et/ou minimise la formation de dépôts dans le mélangeur.
- 10 Les différents éléments de l'appareil décrit en relation aux figures précédentes sont réalisés en matériaux, par exemple en acier résistant aux fluides sous pression qui peuvent être agressifs, ou encore en Hastelloy ou Uranus comme il est connu de l'homme de métier.
- 15 Il est bien entendu que tous les dispositifs ou moyens de contrôle peuvent être remplacés par des moyens équivalents, c'est-à-dire permettant d'obtenir des résultats identiques ou ayant la même fonction sans sortir du cadre de la présente invention.

20

## REVENDICATIONS

1) Appareil pour contrôler en dynamique l'évolution des propriétés d'au moins  
5 un fluide, ledit appareil comportant plusieurs éléments intermédiaires  
modulaires (Ei), un desdits éléments étant un élément d'entrée (Ee)  
comprenant un orifice d'introduction du fluide et au moins une rainure (3)  
s'étendant sur au moins une partie de sa longueur formant une partie de  
canalisation (Ci), et un autre élément (Es) étant un élément de sortie  
10 comprenant un orifice de sortie du fluide analysé, ledit élément de sortie étant  
sensiblement identique audit élément d'entrée, lesdits éléments comportant  
chacun au moins une partie de canalisation (Ci) pour que reliés entre eux  
lesdites parties de canalisation soient réunies pour former une canalisation  
(C) de circulation dudit fluide, l'appareil étant équipé d'au moins un moyen de  
15 mesure (Cp, Ct) d'au moins une caractéristique liée à l'évolution du fluide,  
lesdits éléments (Ee, Ei et Es) étant assemblés pour que les rainures (3a, 3b  
5, 9a, 9b) situées sur les faces de deux éléments adjacents forment une partie  
(Ci) de la canalisation dans laquelle circule le fluide, deux éléments  
intermédiaires adjacents ayant des orifices (Oi) situés à des extrémités  
20 opposées, pour laisser circuler le fluide à travers toutes les parties (Ci) formant  
la canalisation (C), caractérisé en ce que la rainure (3) de l'élément d'entrée  
est entourée par une gorge (4), chacun des éléments intermédiaires  
comportent deux faces (FA, FB), chacune des faces (FA, FB) étant pourvues  
d'une rainure (5) et au moins une des faces d'un élément étant pourvue d'une  
25 gorge (4) et/ou l'élément de sortie (Es) comporte une gorge (4), lesdites  
gorges (4) entourent les rainures et reçoivent un joint assurant l'étanchéité  
entre l'élément d'entrée (Ee) et l'élément intermédiaire (Ei) adjacent, les  
éléments intermédiaires (Ei) entre eux et l'élément de sortie (Es) et l'élément  
intermédiaire voisin (Ei).

30

2) Appareil selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte un  
dispositif d'introduction (2) sur le premier élément Ee, ledit dispositif  
d'introduction étant adapté pour propulser ledit fluide directement dans la  
canalisation C.

35



- 3) Appareil selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce qu'il comprend au moins un capillaire (17) disposé dans une partie de la canalisation C, ledit capillaire étant suspendu au niveau de l'ouverture  $O_i$ .
- 4) Appareil selon la revendication 3, caractérisé en ce que ledit capillaire est  
5 constitué d'au moins deux parties 17a et 17b et en ce que lesdites deux parties sont entourées d'une gaine (G).
- 5) Appareil selon l'une des revendications 3 ou 4, caractérisé en ce que la  
10 position dudit capillaire à l'intérieur de la canalisation est choisie en fonction de la cinétique d'évolution des propriétés dudit fluide à analyser.
- 6) Appareil selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il comporte au moins un élément auxiliaire (20, 21) comportant un capillaire (17), ledit élément auxiliaire étant relié à la canalisation C par des moyens  
15 appropriés, tels qu'une conduite et une vanne.
- 7) Appareil selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'au moins une partie de la canalisation C est munie d'un élément auxiliaire tel un insert.  
20
- 8) Appareil selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte un moyen d'introduction et de mélange d'au moins deux fluides, ledit moyen d'introduction étant adapté pour obtenir un mélange quasi instantané et homogène desdits fluides.  
25
- 9) Appareil selon la revendication 8, caractérisé en ce que ledit moyen d'introduction et de mélange comporte une pièce interne (31) comprenant au moins un premier canal de circulation (33) dudit premier fluide, ledit premier canal (33) communiquant avec une fenêtre (34) située dans la partie  
30 inférieure de la pièce interne (31), ladite fenêtre (34) ayant une section de passage S1 choisie pour que le premier fluide débouche par cette fenêtre (34) sous forme d'une première veine de fluide en forme de lame, ladite pièce interne (31) comporte aussi une gorge (36) située sur sa paroi latérale extérieure, ladite gorge (36) ayant une profondeur p et une longueur  $l_g$ , une  
35 enveloppe externe (32) entourant ladite pièce interne (31), ladite enveloppe externe (32) étant pourvue d'au moins un orifice d'introduction (38i) du second

fluide et ladite enveloppe externe (32) étant située par rapport à la pièce interne (31) de façon que la paroi interne de l'enveloppe externe délimite avec la gorge (36) un canal latéral de circulation (41) générant une seconde veine de fluide sous forme de lame, les deux veines de fluides se rencontrant dans une zone de mélange (42) délimitée par la fenêtre (34), la gorge (36) et la paroi interne (40) de l'enveloppe externe (32) pour former un mélange quasi instantané et homogène.

10) Appareil selon la revendication 9, caractérisé en ce que la direction d'écoulement de la première lame de fluide fait un angle  $\alpha$  avec la direction d'écoulement de la seconde lame de fluide, compris entre 60 et 90°, et de préférence sensiblement égal à 90°.

11) Appareil de mélange selon les revendications 9 et 10, caractérisé en ce que la section de passage S1 est définie par une longueur L et une hauteur h et que le rapport L/h est au moins supérieur à 10.

12) Appareil selon l'une des revendications 9 à 11, caractérisé en ce que les lames desdits premier fluide et second fluide ont des vitesses comprises entre 0,1 et 5 m/sec.

13) Appareil selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'au moins un des éléments intermédiaires du dispositif Ei est muni d'au moins un moyen (13) tel qu'un pot de récupération des particules ou de dépôts situé vers l'extrémité inférieure de l'élément Ei, ledit pot de récupération (13) communiquant avec la canalisation de circulation du fluide par l'intermédiaire d'un passage.

14) Utilisation de l'appareil selon l'une des revendications de 1 à 13 pour étudier la cinétique de formation de dépôts d'effluents pétroliers.

FIG.1

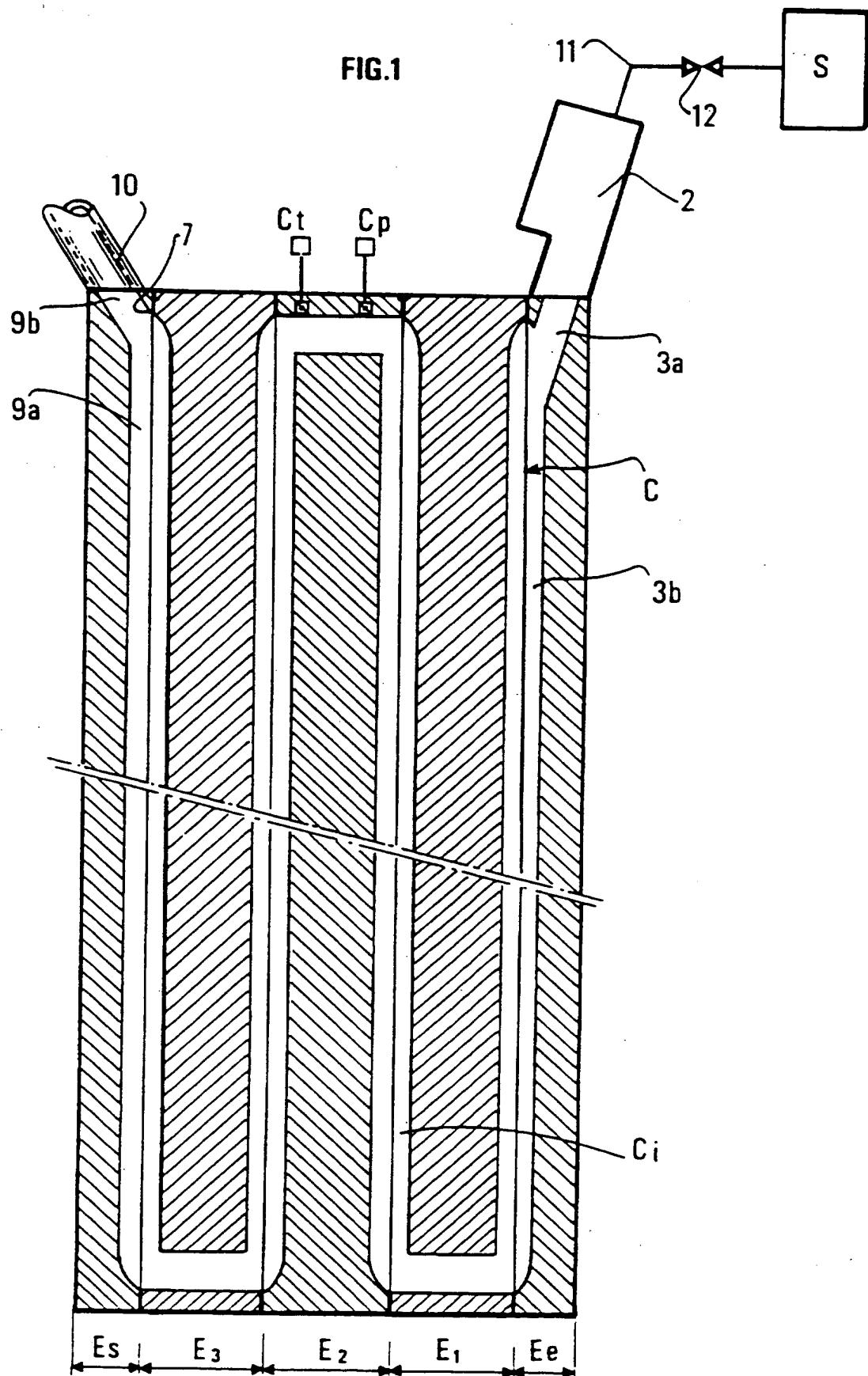


FIG.2A

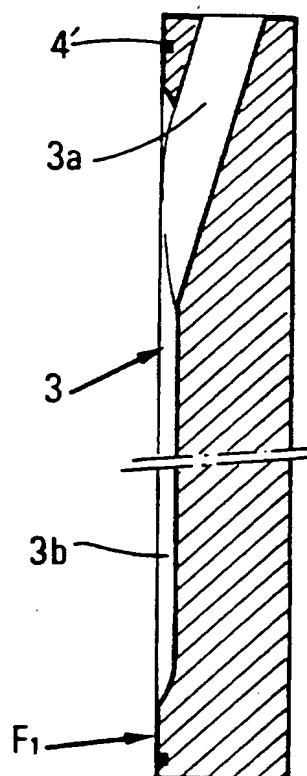


FIG.2B

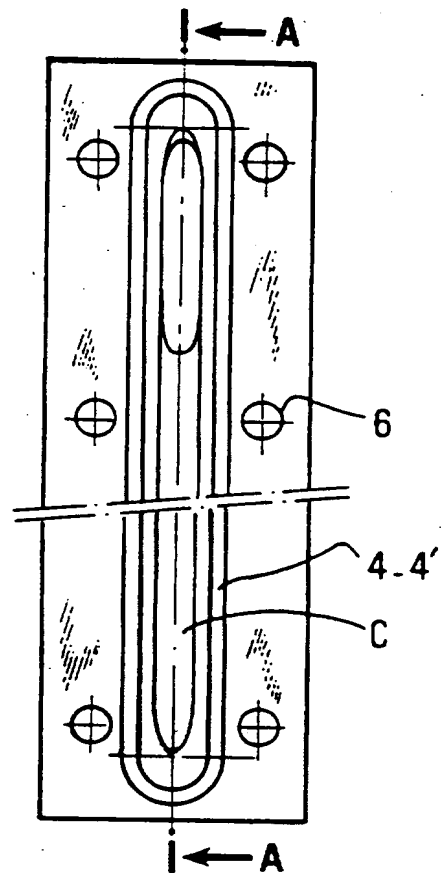


FIG.3A

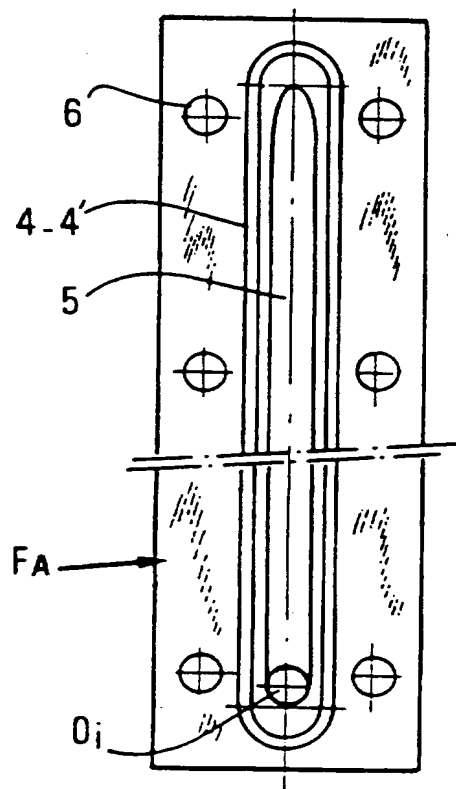
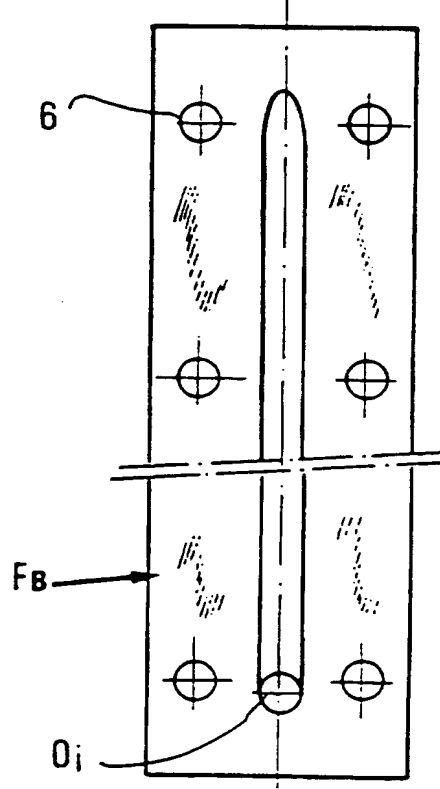
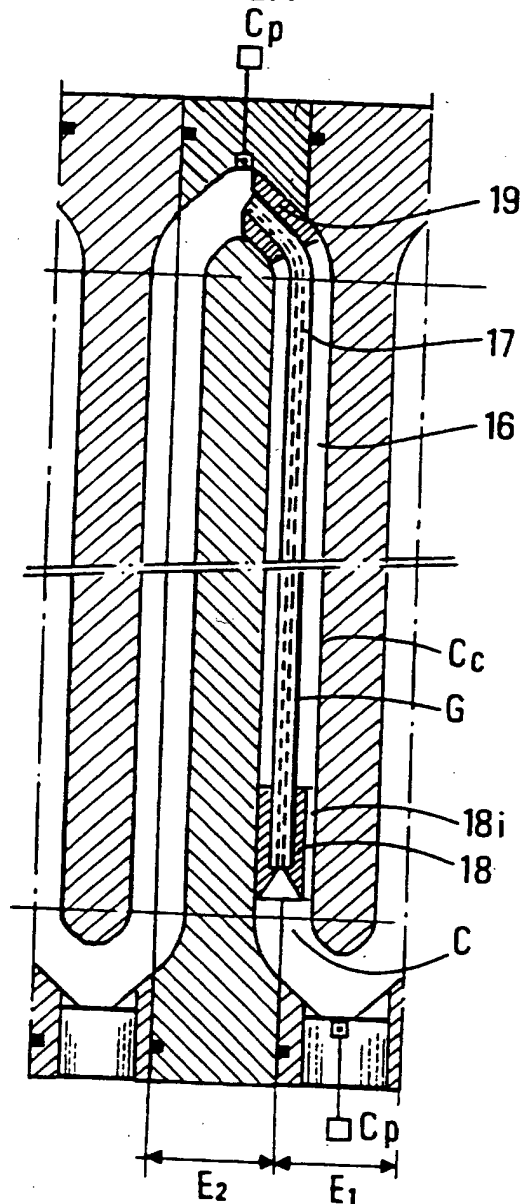


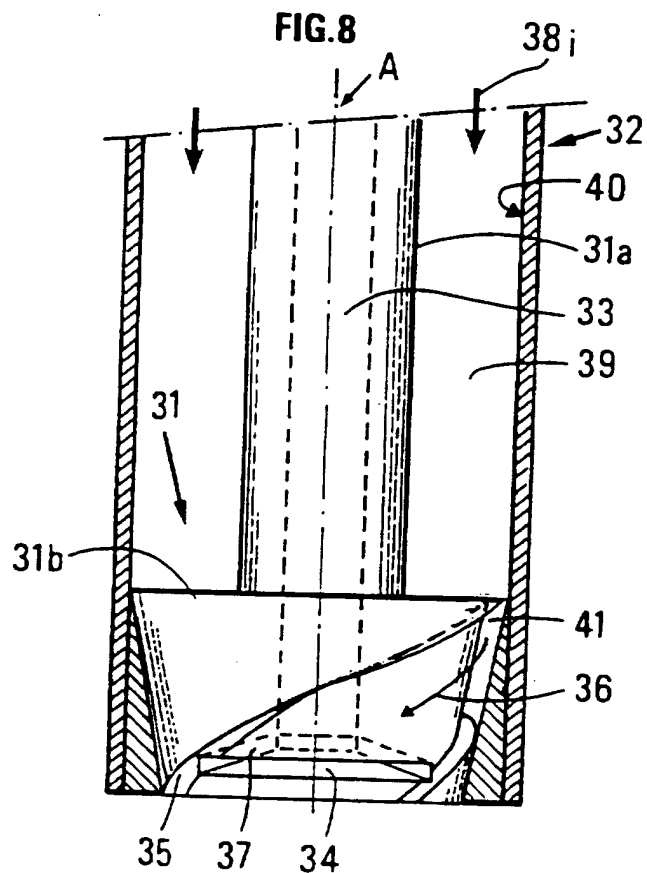
FIG.3B



**FIG.4**

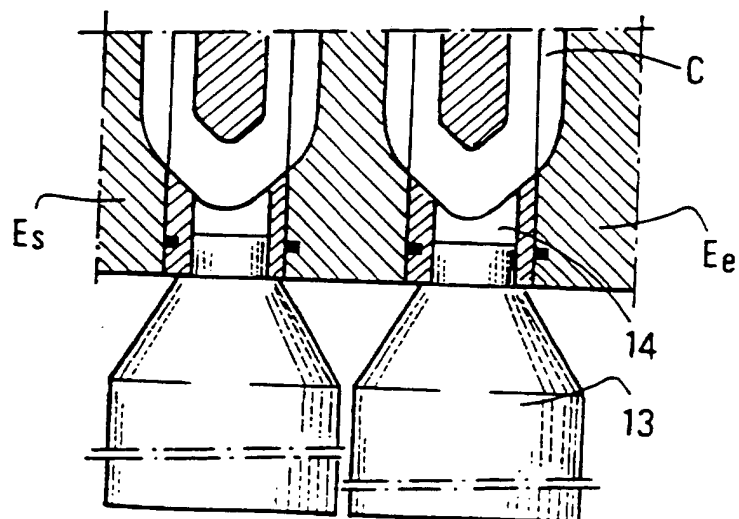
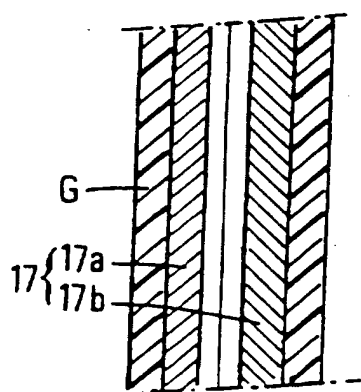


**FIG.8**



**FIG.7**

**FIG.4A**



4/4

FIG.5

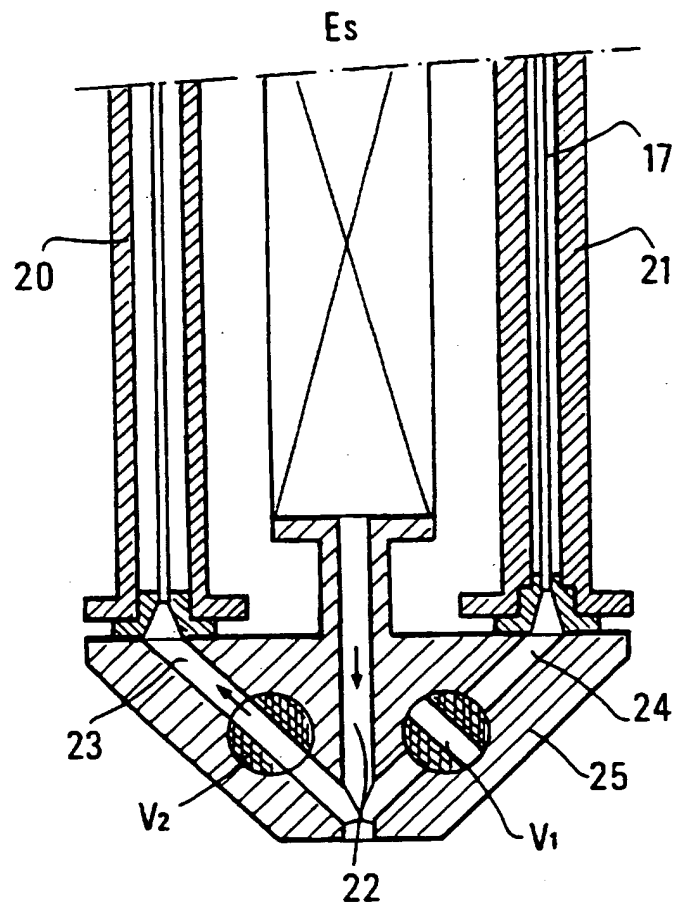
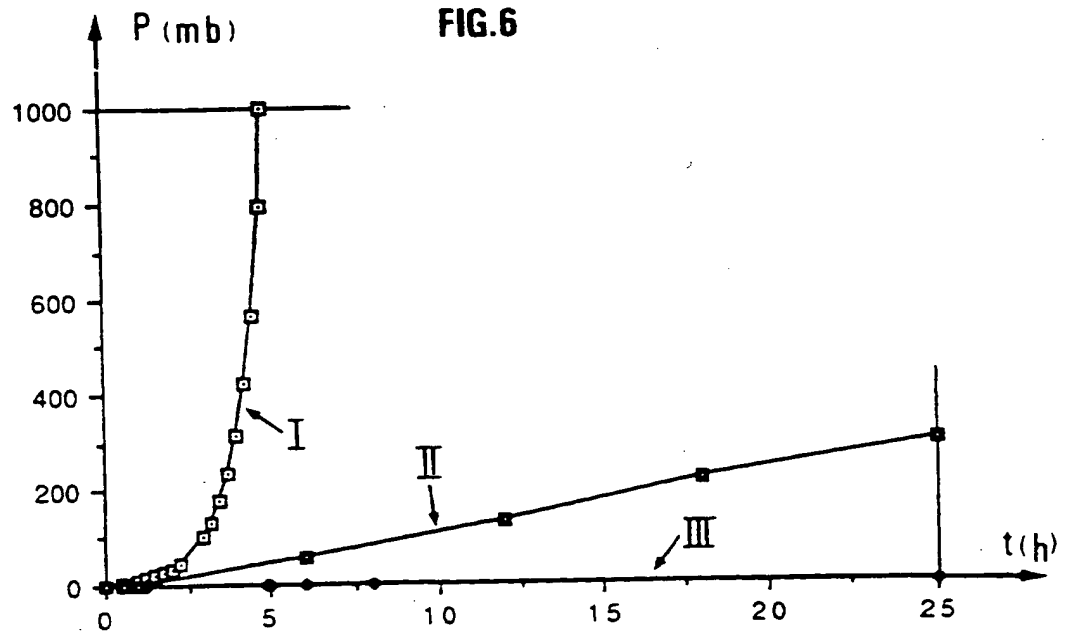


FIG.6



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern. Application No  
PCT/FR 96/00556

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 6 G01N11/08 G01N33/28

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 6 G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO,A,93 08468 (SERCK BAKER LTD) 29 April 1993 see page 2 - page 3 see page 4, paragraph 4 see page 5, last paragraph	1,2,8,14
A	US,A,4 430 218 (PERL) 7 February 1984 see column 8, line 51 - line 61; figures 9,10	1
A	US,A,2 834 200 (RHODES) 13 May 1958 see column 3, line 64 - column 4, line 63; figure 3	3,7
A	EP,A,0 073 082 (TJEBA HOLDING) 2 March 1983 see the whole document	1

-/--

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

6 August 1996

Date of mailing of the international search report

21.08.96

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hocquet, A

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/FR 96/00556

C(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 007, no. 121 (P-199), 25 May 1983 & JP,A,58 038838 (TORAY KK), 7 March 1983, see abstract ---	1
A	FR,A,2 343 241 (ANTAR) 30 September 1977 see page 9, line 16 - line 35; figure 4 ---	1
A	EP,A,0 033 557 (SHELL) 12 August 1981 cited in the application see page 6, line 19 - page 7, line 23; figure 1B ---	1
A	FR,A,2 276 864 (SNAM PROGETTI) 30 January 1976 see page 4, line 37 - page 6, line 18; claim 1; figures 1,3 -----	9

1



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 96/00556

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO-A-9308468	29-04-93	GB-A, B 2275530	31-08-94
US-A-4430218	07-02-84	BE-A- 889664	16-11-81
		DE-A- 3127475	22-04-82
		DE-A- 3127548	01-04-82
		FR-A, B 2486812	22-01-82
		GB-A, B 2080144	03-02-82
		JP-C- 1279518	29-08-85
		JP-A- 57042304	09-03-82
		JP-B- 59050365	07-12-84
		NL-A- 8103384	16-02-82
		SE-B- 447543	24-11-86
		SE-A- 8104357	20-01-82
US-A-2834200	13-05-58	NONE	
EP-A-73082	02-03-83	NL-A- 8103839	16-03-83
		JP-B- 1025016	16-05-89
		JP-C- 1543210	15-02-90
		JP-A- 58039930	08-03-83
		US-A- 4477961	23-10-84
FR-A-2343241	30-09-77	NONE	
EP-A-33557	12-08-81	GB-A- 2068540	12-08-81
		AU-B- 540801	06-12-84
		AU-B- 6672181	06-08-81
		CA-A- 1155682	25-10-83
		JP-C- 1484265	27-02-89
		JP-A- 56121694	24-09-81
		JP-B- 63033439	05-07-88
FR-A-2276864	30-01-76	AU-B- 8229875	23-12-76
		BE-A- 830961	03-11-75
		DE-A- 2530012	15-01-76
		LU-A- 72890	09-12-75
		NL-A- 7507964	06-01-76
		SE-A- 7507716	05-01-76
		US-A- 4026817	31-05-77

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dema. internationale No

PCT/FR 96/00556

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 6 G01N11/08 G01N33/28

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 6 G01N

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	WO,A,93 08468 (SERCK BAKER LTD) 29 Avril 1993 voir page 2 - page 3 voir page 4, alinéa 4 voir page 5, dernier alinéa ---	1,2,8,14
A	US,A,4 430 218 (PERL) 7 Février 1984 voir colonne 8, ligne 51 - ligne 61; figures 9,10 ---	1
A	US,A,2 834 200 (RHODES) 13 Mai 1958 voir colonne 3, ligne 64 - colonne 4, ligne 63; figure 3 ---	3,7
A	EP,A,0 073 082 (TJEBA HOLDING) 2 Mars 1983 voir le document en entier ---	1
	--- -/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

## \* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cite pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cite pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&amp;" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

6 Août 1996

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

21.08.96

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+ 31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Hocquet, A

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 007, no. 121 (P-199), 25 Mai 1983 & JP,A,58 038838 (TORAY KK), 7 Mars 1983, voir abrégé ---	1
A	FR,A,2 343 241 (ANTAR) 30 Septembre 1977 voir page 9, ligne 16 - ligne 35; figure 4 ---	1
A	EP,A,0 033 557 (SHELL) 12 Août 1981 cité dans la demande voir page 6, ligne 19 - page 7, ligne 23; figure 1B ---	1
A	FR,A,2 276 864 (SNAM PROGETTI) 30 Janvier 1976 voir page 4, ligne 37 - page 6, ligne 18; revendication 1; figures 1,3 -----	9

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dem. Internationale No

PCT/FR 96/00556

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO-A-9308468	29-04-93	GB-A, B 2275530	31-08-94
US-A-4430218	07-02-84	BE-A- 889664	16-11-81
		DE-A- 3127475	22-04-82
		DE-A- 3127548	01-04-82
		FR-A, B 2486812	22-01-82
		GB-A, B 2080144	03-02-82
		JP-C- 1279518	29-08-85
		JP-A- 57042304	09-03-82
		JP-B- 59050365	07-12-84
		NL-A- 8103384	16-02-82
		SE-B- 447543	24-11-86
		SE-A- 8104357	20-01-82
US-A-2834200	13-05-58	AUCUN	
EP-A-73082	02-03-83	NL-A- 8103839	16-03-83
		JP-B- 1025016	16-05-89
		JP-C- 1543210	15-02-90
		JP-A- 58039930	08-03-83
		US-A- 4477961	23-10-84
FR-A-2343241	30-09-77	AUCUN	
EP-A-33557	12-08-81	GB-A- 2068540	12-08-81
		AU-B- 540801	06-12-84
		AU-B- 6672181	06-08-81
		CA-A- 1155682	25-10-83
		JP-C- 1484265	27-02-89
		JP-A- 56121694	24-09-81
		JP-B- 63033439	05-07-88
FR-A-2276864	30-01-76	AU-B- 8229875	23-12-76
		BE-A- 830961	03-11-75
		DE-A- 2530012	15-01-76
		LU-A- 72890	09-12-75
		NL-A- 7507964	06-01-76
		SE-A- 7507716	05-01-76
		US-A- 4026817	31-05-77